

## PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 2000-273502

(43)Date of publication of application : 03.10.2000

(51)Int.Cl.

B22F 3/02

(21)Application number : 11-079427

(71)Applicant : NOF CORP

(22)Date of filing : 24.03.1999

(72)Inventor : TSURUGIDA YUUJI  
SAWADA KOHEI  
MIYATA YASUYUKI

## (54) METALLIC SALT OF FATTY ACID FOR POWDER METALLURGY

## (57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To obtain metallic salt for powder metallurgy excellent in fluidity with the small amt. to be used by controlling the average grain size of the metallic salt of fatty acid to the one equal or below the specified value and controlling the ratio of the grains having the grain size equal to or above the specified value occupied in the whole to the one equal to or below the specified ratio.

SOLUTION: This metallic salt of fatty acid for powder metallurgy is the one in which the content of the grains having  $\leq 4 \mu\text{m}$  average grain size and  $\geq 10 \mu\text{m}$  grain size to the whole is controlled to  $\leq 4 \text{ wt.}\%$ . Preferably, the difference between the 30% grain size RA and 70% grain size RC in the metallic salt of fatty acid (RC-RA) is controlled to  $\leq 3 \mu\text{m}$ , and the difference between the 50% grain size RB and 95% grain size RD (RD-RB) is controlled to  $\leq 6 \mu\text{m}$ . An aq. soln. contg. the alkali metallic salt or ammonium salt of fatty acid by 0.001 to 20 wt.% and an aq. soln. or a dispersed soln. contg. inorganic metallic salt by 0.001 to 20 wt.% are brought into reaction with at the temp. equal to or below the crystal dislocation starting temp. of the produced metallic salt of fatty acid, which is dehydrated and dried to obtain the grains of the objective grain size. For example, to reduced iron of 75 to 80  $\mu\text{m}$  average grain size, the metallic salt of fatty acid is used by 0.01 wt.%.

## LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開2000-273502

(P2000-273502A)

(43) 公開日 平成12年10月3日 (2000.10.3)

(51) Int.Cl.<sup>7</sup>

識別記号

F I

ターミナル (参考)

B 2 2 F 3/02

B 2 2 F 3/02

M 4 K 0 1 8

審査請求 未請求 請求項の数 3 O L (全 7 頁)

(21) 出願番号 特願平11-79427

(22) 出願日 平成11年3月24日 (1999.3.24)

(71) 出願人 000004341

日本油脂株式会社

東京都渋谷区恵比寿四丁目20番3号

(72) 発明者 剣田 祐治

兵庫県尼崎市大庄西町4-12-1

(72) 発明者 澤田 公平

兵庫県西宮市東鳴尾町1-1-13-507

(72) 発明者 宮田 康行

兵庫県西宮市笠屋町2-10-304

Fターム (参考) 4K018 AA24 BA13 BB04 BC12 CA08

(54) 【発明の名称】 粉末冶金用脂肪酸金属塩

(57) 【要約】

【課題】 原料粉末に対して従来よりも少ない使用量で流動性に優れた粉末冶金用脂肪酸金属塩を提供する。

【解決手段】 脂肪酸金属塩の平均粒子径が4  $\mu$ m以下であり、かつ粒径が10  $\mu$ mよりも大きな粒子の全体に占める割合が4重量%以下である粉末冶金用脂肪酸金属塩。

## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 脂肪酸金属塩の平均粒子径が $4\mu\text{m}$ 以下であり、かつ粒径が $10\mu\text{m}$ よりも大きな粒子の全体に占める割合が4重量%以下である粉末冶金用脂肪酸金属塩。

【請求項2】 脂肪酸金属塩の30%粒径 $R_A$ と70% $R_C$ 粒径の差( $R_C - R_A$ )が $3\mu\text{m}$ 以下である、請求項1記載の粉末冶金用脂肪酸金属塩。

【請求項3】 脂肪酸金属塩の50%粒径 $R_B$ と95% $R_D$ 粒径の差( $R_D - R_B$ )が $6\mu\text{m}$ 以下である、請求項1記載の粉末冶金用脂肪酸金属塩。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、粉末冶金用脂肪酸金属塩に関し、詳しくは粉末冶金用金属粉末に対して従来よりも少ない使用量で流動性に優れた粉末冶金用脂肪酸金属塩に関するものである。

## 【0002】

【従来の技術】鉄粉や鋼粉などの金属粉末を主原料とする粉末冶金において金属製品を製造する際には、一般的に原料金属粉末（以下、原料粉末という）を合金組成に調合する混合過程、および調合された粉末を金型に入れある圧力下で圧縮する成形過程を経る。この成形過程において、金型壁と原料粉末間あるいは原料粉末相互間に摩擦が生じて充填の際の流動性や成形体の密度上昇を阻害したり、金型を摩耗させて寿命を縮めさせたりする。この摩擦を減じるために原料粉末に潤滑剤を添加して製造するのが一般的である。潤滑剤に必要な性質として、原料粉末を圧縮成形する際の減摩性が優れていることが望まれており、ステアリン酸亜鉛など脂肪酸金属塩がよく用いられている。

【0003】しかし、脂肪酸金属塩を使用した場合、脂肪酸金属塩に含まれる亜鉛やその他の金属元素が焼結体の特性に影響を及ぼしたり、焼結時に金属元素が酸化物として炉内を汚染し、焼結体の外観を損ねるなどの問題点がある。その解決策として、例えば特開平5-148505号公報や特開平9-263802号公報に、炉内汚染の元となるステアリン酸亜鉛の使用量を抑えるために高級脂肪酸やワックスなどをステアリン酸亜鉛など脂肪酸金属塩に添加した混合物を潤滑剤として用いる方法が提案されている。

## 【0004】

【発明が解決しようとする課題】しかしながら、これらの方法では、ある程度脂肪酸金属塩の使用量は低減できるものの上記問題点を十分に解決できるには至っていないのが現状である。本発明の目的は、原料粉末に対して従来よりも少ない使用量で流動性に優れた粉末冶金用脂肪酸金属塩を提供することである。

## 【0005】

【問題を解決するための手段】本発明者らはこのような

諸問題を解決すべく、鋭意検討を重ねた結果、特定の粒度および粒度分布を有する脂肪酸金属塩を用いることで、使用量を大幅に低減しても流動性が確保できることを見出した。

【0006】すなわち、本発明は、

(1) 平均粒子径が $4\mu\text{m}$ 以下であり、かつ粒子径が $10\mu\text{m}$ よりも大きな粒子の全体に対する含有量が4重量%以下である粉末冶金用脂肪酸金属塩

(2) 30%粒径 $R_A$ と70%粒径 $R_C$ の差( $R_C - R_A$ )が $3\mu\text{m}$ 以下である、(1)記載の粉末冶金用脂肪酸金属塩

(3) 50%粒径 $R_B$ と95%粒径 $R_D$ の差( $R_D - R_B$ )が $6\mu\text{m}$ 以下である、(1)または(2)記載の粉末冶金用脂肪酸金属塩である。

## 【0007】

【発明の実施の形態】本発明の脂肪酸金属塩を構成する脂肪酸としては、炭素数4～30の天然もしくは合成脂肪酸であり、飽和、不飽和のいずれであっても良く、また直鎖状、分岐状のいずれであっても良く、構造中に水酸基、アルデヒド基、エポキシ基等があっても良い。このような脂肪酸の例としては、カブロン酸、カプリル酸、カプリン酸、ラウリン酸、ミリスチン酸、ミリストオレイン酸、パルミチン酸、パルミトオレイン酸、ステアリン酸、オレイン酸、リノール酸、リノレン酸、アラキシン酸、ベヘニン酸、エルカ酸、ヒドロキシステアリン酸、モンタン酸、イソステアリン酸、エポキシステアリン酸等が挙げられ、これらの1種または2種以上を用いることができる。

【0008】脂肪酸金属塩を構成する金属としては、マグネシウム、カルシウム、バリウムなどのアルカリ土類金属、チタン、亜鉛、鉄、マンガン、カドミウム、水銀、ジルコニウム、鉛、銅、コバルト、ニッケル、銀、リチウムなどを挙げる事ができる。これらの金属の1種または2種以上を用いることができる。

【0009】脂肪酸金属塩の平均粒子径は $4\mu\text{m}$ 以下であり、かつ $10\mu\text{m}$ よりも大きい粒子の含有率が4重量%以下であり、好ましくは平均粒子径が $3.5\mu\text{m}$ 以下であり、かつ $10\mu\text{m}$ よりも大きい粒子の割合が3.5重量%以下である。平均粒子径が $4\mu\text{m}$ より大きい、もしくは $10\mu\text{m}$ よりも大きい粒子の含有率が4重量%をこえると、脂肪酸金属塩の使用量を低下させることができない。

【0010】ここで、30%粒径 $R_A$ 、50%粒径 $R_B$ 、70%粒径 $R_C$ 、95%粒径 $R_D$ は、図1に示す一般的なステアリン酸亜鉛の粒度累積において、粒子の累積値がそれぞれ30、50、70、95重量%となる粒子径を示している。なお、図1における30%粒径 $R_A$ 、50%粒径 $R_B$ 、70%粒径 $R_C$ 、95%粒径 $R_D$ は、それぞれ $3.2\mu\text{m}$ 、 $5.3\mu\text{m}$ 、 $8.3\mu\text{m}$ 、 $19.6\mu\text{m}$ となる。従って $R_C - R_A$ および $R_D - R_B$ は、それぞれ

5. 1、14. 3  $\mu\text{m}$ となる。 $R_c-R_A$ および $R_D-R_B$ の各々の値が低いほど、脂肪酸金属塩の粒度の範囲が狭く、シャープになる。本発明に使用する脂肪酸金属塩の粒度は、 $R_c-R_A$ が3  $\mu\text{m}$ 以下または $R_D-R_B$ が6  $\mu\text{m}$ 以下であることが好ましい。

【0011】本発明の脂肪酸金属塩の粒度とは、脂肪酸金属塩の平均的な二軸算術平均径、三軸算術平均径、ストークス径などの代表長さを持って定義される。測定方法としては、例えば、気相沈降法、液相沈降法などのストークスの法則に基づく沈降法、光透過法、顕微鏡法、10 光走査法、レーザー回折散乱法などが挙げられる。その中でより微細な粒子に対して精度よく測定することが可能である光走査法、レーザー回折散乱法等が好適に使用されている。

【0012】本発明の脂肪酸金属塩は、脂肪酸と金属の酸化物もしくは水酸化物を直接反応するか、もしくは脂肪酸のアルカリ金属塩もしくはアンモニウム塩と金属の塩化物、硫酸塩および硝酸塩とを反応して、得られた生成物を衝撃式粉砕機、気流式粉砕機、媒体ミル、湿式粉砕機等を使用して粉砕後、分級してその平均粒径を3  $\mu\text{m}$  20  $\mu\text{m}$ にしても良いが、粉砕後も10  $\mu\text{m}$ 以上の粒子の含有率が高いため、分級によって歩留りが低くなる。

【0013】好ましくは脂肪酸のアルカリ金属塩もしくはアンモニウム塩0. 001~20重量%を含有する水溶液と無機金属塩0. 001~20重量%を含有する水溶液または分散液とを、生成する脂肪酸金属塩の結晶転移開始温度以下の温度で反応して、脂肪酸金属塩水分散液を調整し、ついでこの分散液を脂肪酸金属塩の結晶転移開始温度以下の温度で脱水、乾燥処理を行い、目的とする粒度の製品を得ることによって、粉砕による破断面のない、粉末冶金分野で使用した場合流動性を良好に改善できる脂肪酸金属塩を効率的に得ることができる。ここで、脂肪酸金属塩の結晶転移開始温度とは、脂肪酸金属塩の結晶構造が転移を開始する温度で、示差熱分析装置を使用して求めることができる。例えば図2のステアリン酸亜鉛の場合では、結晶転移による吸熱前の勾配の延長線Aと、吸熱開始後の勾配の延長線Bとの交点Cの温度を結晶転移開始温度とする。この場合、ステアリン酸亜鉛の結晶転移開始温度は、102℃、図3によるステアリン酸カルシウムの結晶転移開始温度は94℃、図4によるステアリン酸マグネシウムの結晶転移開始温度は73℃となる。

【0014】実際の混合時の温度は、得られる脂肪酸金属塩の脂肪酸および金属によって異なるが、例えばステアリン酸カルシウムの場合では、60℃~80℃、好ましくは70℃~80℃である。60℃未満で反応を行うと、脂肪酸のアルカリ金属もしくはアンモニウム塩の溶解度が低下し、目標物質は得られるが、最終的に得られる脂肪酸金属塩の量が反応に使用する液に対して低く、生産効率が低下する。また、94℃を超える温度で反応 50

を行うと、脂肪酸金属塩同士が熱によって融着し、平均粒子径が大きくなる。脂肪酸アルカリ金属もしくはアンモニウム塩溶液と金属の硫酸塩、塩化物、硝酸塩との反応は、反応機中で回分式の反応を行ってもよく、また、配管中にスタティックミキサ、インラインミキサ、もしくはそれに類する攪拌混合装置を用いて連続的に反応を行ってもよい。好ましくは配管中に連続的に混合できる混合装置を取付け、反応物を連続的に生成させることによって目的とする粒度の製品を連続的に得ることができる。

【0015】得られた脂肪酸金属塩分散体は、遠心脱水機、フィルタープレス、真空回転ろ過機などを使用して、脂肪酸金属塩と溶媒とを別し、必要であれば洗浄を行い、副生する無機塩を除去する。この場合、洗浄に使用する水もしくはその他の溶媒は、結晶転移開始温度より低いことが好ましい。脱水された脂肪酸金属塩、または脂肪酸金属塩分散体そのものは、回転乾燥装置、気流乾燥装置、通気式乾燥装置、噴霧式乾燥装置、流動層型乾燥装置などを使用して連続または回分式で常圧または真空下で乾燥を行う。この場合、乾燥する雰囲気10 度の温度は脂肪酸金属塩の結晶転移開始温度以下であることが好ましい。結晶転移開始温度以上の雰囲気で行った場合、粒子同士が融着し粒子径が大きくなる場合がある。あるいは、低沸点溶剤などで脂肪酸金属塩脱水物を洗浄し、溶剤を置換した後に乾燥操作を行ってもよい。この場合に使用される低沸点溶剤としては、脂肪酸金属塩脱水物から水を効率よく除去できるものが好ましく、例えばメタノール、エタノール、アセトン、塩化メチレンなどが挙げられる。

【0016】本発明による脂肪酸金属塩の使用量は原料粉末の製法、粒度および粒度分布により、適宜選定するが、例えば平均粒径75~80  $\mu\text{m}$ の還元鉄粉に対する使用量は約0. 01重量%である。

【0017】

【実施例】実施例1~4および比較例1~6

実施例で用いたステアリン酸亜鉛である脂肪酸金属塩の粒度の累積を表1に示す、その脂肪酸金属塩を用いて下記に示す流動性試験を行った。結果を表2に示す。なお、脂肪酸金属塩の粒度分布は、以下のようにして測定した。脂肪酸金属塩0. 1gに約50mlのエタノールを加え、日本精機株式会社製の超音波分散器を用いて5分間分散を行い、測定溶媒としてエタノールを循環している、日機装株式会社製マイクロトラック粒度分布測定装置(SPA型)に、得られた脂肪酸金属塩分散液を、DV値が0. 2~0. 5になるまで添加し、この状態における各サンプルの粒度分布を測定した。

【0018】流動性試験は、以下の方法で行った。還元鉄粉100g(45  $\mu\text{m}$ 以下 5. 8%、45~63  $\mu\text{m}$  10. 4%、63~75  $\mu\text{m}$  20. 5%、75~106  $\mu\text{m}$  40. 2%、106~150  $\mu\text{m}$  20.

7%、150～180 $\mu$ m 2. 1%、180～250 $\mu$ m 0. 3%) にステアリン酸亜鉛を所定量添加した後、100ml容サンプル瓶中で30秒間振とうを行い、試験サンプルとした。流動性の評価には、JIS-Z2504に規定された、オリフィス径2. 5mmのホ\*

表1

		A	B	C	D	E	F	G
脂肪酸金属塩		ステアリン酸亜鉛						
平均粒子径( $\mu$ m)		0.8	1.2	2.1	3.5	5.1	7.5	13.8
粒径10 $\mu$ m以上の粒子の含有率(重量%)		0.0	0.0	0.0	1.0	12.1	21.4	60.8
Rc-RA( $\mu$ m)		0.5	1.5	1.5	2.5	3.7	5.5	9.9
Rd-RB( $\mu$ m)		2.5	2.2	2.3	6.9	13.8	15.4	24.3
脂肪酸金属塩粒度の累積(重量%)	0.34 $\mu$ m	11.5	3.4	2.1	2.1	1.2	0.5	0.0
	0.66 $\mu$ m	48.0	22.5	8.1	8.6	5.5	2.3	0.0
	1.01 $\mu$ m	74.5	45.8	18.5	17.3	11.4	5.2	0.0
	3.73 $\mu$ m	100.0	99.5	90.4	61.3	46.8	35.5	5.4
	5.27 $\mu$ m	100.0	100.0	100.0	84.8	66.5	50.1	13.5
	10.55 $\mu$ m	100.0	100.0	100.0	99.3	88.6	80.2	43.3
	21.10 $\mu$ m	100.0	100.0	100.0	100.0	97.9	95.7	80.5
	42.21 $\mu$ m	100.0	100.0	100.0	100.0	100.0	100.0	100.0

【0020】

【表2】

表2

		脂肪酸金属塩	添加量(重量%)	流動性(秒/50g)
実施例	1	A	0.01	27.3
	2	B	0.01	27.6
	3	C	0.01	28.1
	4	D	0.01	28.8
比較例	1	E	0.01	32.4
	2	F	0.01	32.8
	3	G	0.01	33.5
	4	E	0.1	30.7
	5	F	0.1	30.2
	6	G	0.1	30.4

【0021】実施例1～4より、本発明による脂肪酸金属塩を使用すると、鉄粉に対する添加量が0. 01重量%で、50gの鉄粉が通過する時間が29秒以下となった。それに対し、従来の脂肪酸金属塩では0. 01重量%

\*一ルフローメーターを使用し、サンプル50gが通過する時間を測定した。同一サンプルについて測定を5回行い、その平均値を流動性(秒/50g)とした。

【0019】

【表1】

※%の添加で32秒以上(比較例1～3)、0. 1%以上添加した場合でも30秒以上(比較例4～6)の時間を要した。本発明による粉末冶金用脂肪酸金属塩は、従来の脂肪酸金属塩の1/10の使用量で同等以上の性能を発揮できる。

【0022】

30 【発明の効果】本発明によれば、特定の粒度分布を有する脂肪酸金属塩を用いることで、従来よりも少ない添加量で目的とする流動性を得ることができる。このことにより、焼結時に金属が酸化物として炉内を汚染し、焼結体の外観を損ねるなどの問題が起こりにくくなる。

【図面の簡単な説明】

【図1】 金属石鹸の一般品であるステアリン酸亜鉛の粒度分布および粒度累積グラフを示す。

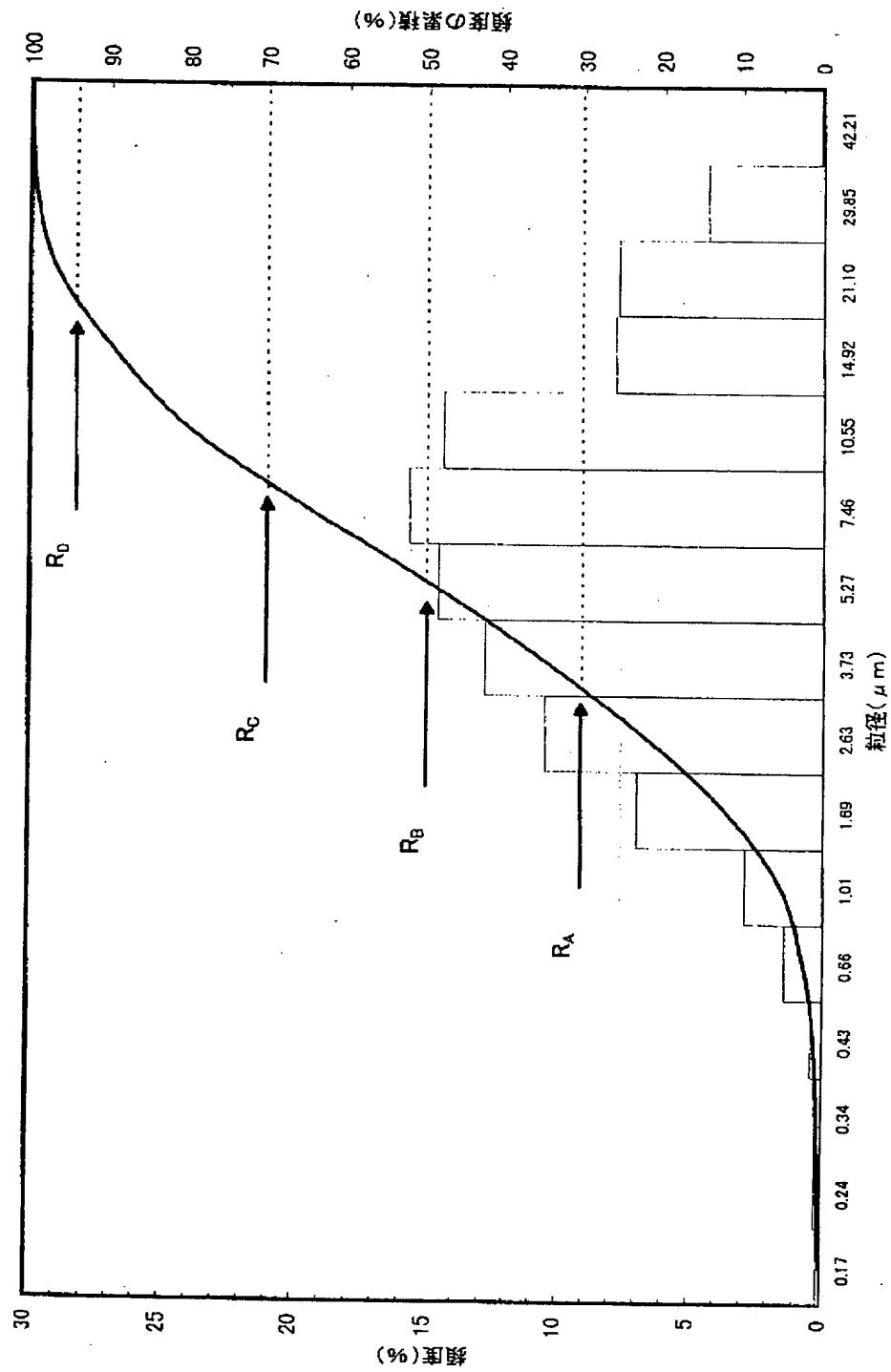
【図2】 金属石鹸の一般品であるステアリン酸亜鉛の示差熱分析結果を示す。

【図3】 金属石鹸の一般品であるステアリン酸カルシウムの示差熱分析結果を示す。

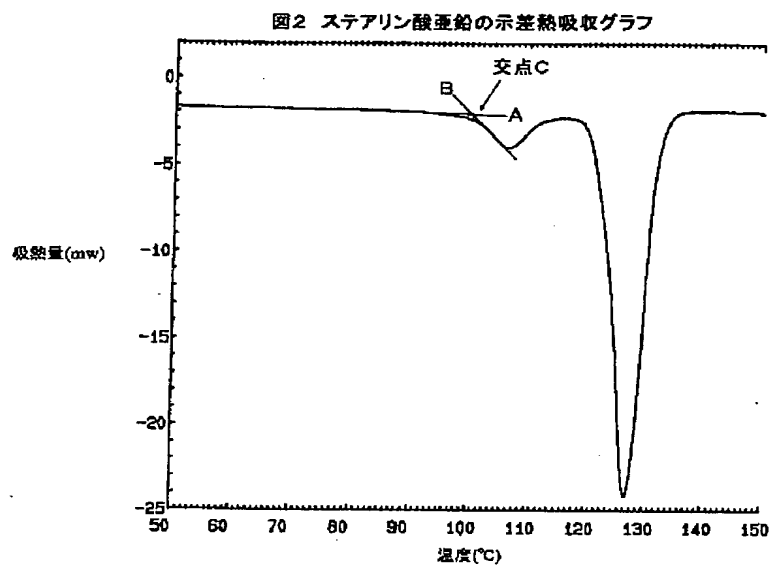
【図4】 金属石鹸の一般品であるステアリン酸マグネシウムの示差熱分析結果を示す。

【図1】

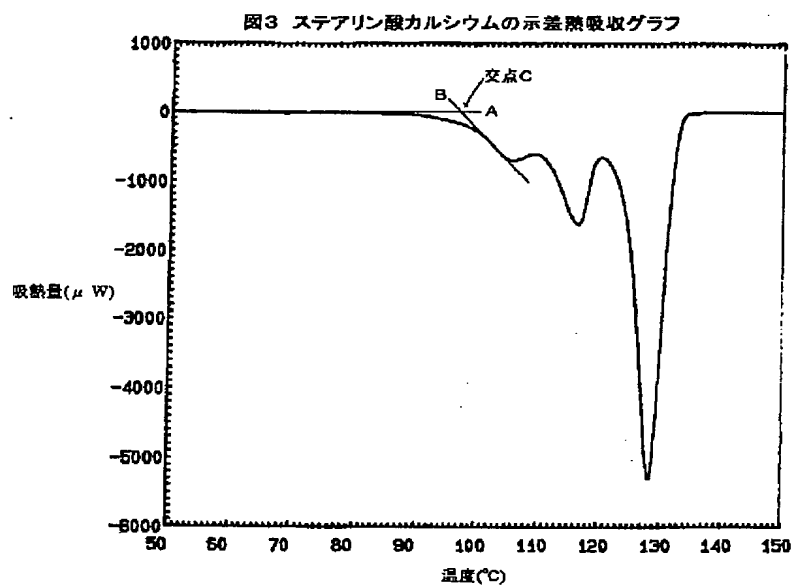
図1 ステアリン酸亜鉛一般品の粒度分布および粒度累積



【図2】



【図3】



【図4】

